

# DIN EN 16453:2014-06 (D)

## Zellstoff, Papier und Karton - Bestimmung von Phthalaten in Papier- und Kartonextrakten; Deutsche Fassung EN 16453:2014

---

Inhalt	Seite
Vorwort .....	4
1 Anwendungsbereich .....	5
2 Normative Verweisungen .....	5
3 Kurzbeschreibung .....	6
3.1 Allgemeines .....	6
3.2 Störungen .....	6
4 Prüfmittel .....	6
4.1 Allgemeines .....	6
4.2 Pasteurpipetten .....	7
4.3 Markierte Vollpipetten mit 0,05 ml, 0,2 ml, 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 5 ml und 10 ml .....	7
4.4 Messkolben zu 5 ml, 10 ml, 50 ml und 100 ml .....	7
4.5 Glasflasche mit Schraubverschluss PYREX mit 250 ml, mit Polytetrafluorethylen-Septum .....	7
4.6 Messzylinder von 200 ml .....	7
4.7 Rundkolben zu 50 ml und 250 ml .....	7
4.8 Glastrichter .....	7
4.9 Glasflasche mit Schraubverschluss und Polytetrafluorethylen-Septum für den Einmalgebrauch (das Fassungsvermögen wird dem Volumen des Konzentrats angepasst) .....	7
5 Geräte .....	7
5.1 Analysenwaage: mit der Möglichkeit zur exakten Einwaage von 0,000 1 g .....	7
5.2 Laborheizer für Rundkolben .....	7
5.3 Rotationsverdampfer .....	7
5.4 Gaschromatograph mit gekoppeltem Massenspektrometers (GC-MS) .....	7
6 Reagenzien .....	7
6.1 Allgemeines .....	7
6.2 Gase für den Betrieb des Gaschromatographen/Massenspektrometers, von hoher Reinheit und gemäß den Herstellerangaben .....	7
6.3 Ethylacetat (Essigsäureethylester), C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> , CAS N° 141-78-6 .....	7
6.4 Isooktan, C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> , CAS N° 540-84-1 .....	7
6.5 Interne Standard-Stammlösung: z. B. d <sub>4</sub> -Ring-deutერიertes-dibutylphthalat (D <sub>4</sub> -Ring-DBP) mit 10 g/l .....	7
6.5.1 6.5.1 Allgemeines .....	7
6.5.2 Lösung A, interner Standard mit 100 mg/l in Ethylacetat .....	8
6.5.3 Lösung B, interner Standard mit 10 mg/l in Ethylacetat .....	8
6.5.4 Lösung C, interner Standard mit 0,5 mg/l in Ethylacetat .....	8
6.6 Phthalat-Stammlösungen einzelner Phthalate mit 1 000 mg/l in Ethylacetat .....	8
6.6.1 Allgemeines .....	8
6.6.2 Zwischenlösungen der Phthalate mit 50 mg/l in Ethylacetat .....	8
6.6.3 Phthalat-Standard-Kalibrierlösungen in Isooktan .....	8
6.6.4 Lösungen der einzelnen Phthalate in Ethylacetat mit 1 mg/l zur Bestimmung der GC-Retentionszeiten .....	8
7 Probenahme .....	8
8 Probenvorbereitung aus Wasserextrakten .....	9
9 Probenvorbereitung aus organischen Lösemittelextrakten .....	9
10 Probenvorbereitung aus MPPO-Extrakten .....	9
11 Durchführung .....	9

11.1	GC-Parameter .....	9
11.1.1	Beispiel für die Ausstattung und den Betrieb des Gaschromatographen.....	9
11.1.2	Einstellungen am Massenspektrometer .....	10
11.2	Kalibrierung.....	10
11.3	Probenanalyse .....	10
12	Angaben der Ergebnisse .....	11
12.1	Angabe der Messergebnisse für organische Lösemittelextrakte .....	11
12.2	Angabe der Messergebnisse für MPPO-Extrakte .....	11
13	Prüfbericht.....	11
14	Präzisionsdaten .....	12
Anhang A (informativ) GC-MS Total-Ionen-Chromatogramm einer Standard-Kalibrier-Lösung mit 2 mg/l je Phthalat .....		13